

## Optical brightening compositions for textiles - are starch contg pellets

**Patent Number : BE-821550**

*International patents classification : C11D-003/42 D06L-003/12*

**• Abstract :**

BE-821550 A Pellets contg. optical brightening compsns. according to parent patent have the compsn. 1-40% by wt. optical brightener, 59.5-95% natural starch, 0.2-1.5% of magnesium and/or calcium sopa of 16-20C fatty acid and 0.3-3.0% stripping agent as fine particles, pref. a colloidal silica and pref. contg. 1-25% fibrous microcrystalline cellulose, fibre length 0.001-0.5 mm, in the patent of addn. 1-5% by wt. of a carboxymethyl starch, pref. of 0.15-0.50 carboxymethyl groups per anhydroglucose unit, substitution is also present. The addition of carboxymethyl starch improves keeping qualities of the brightening compsn. compared to those of parent patent.

BE-821550 A Pellets contg. optical brightening compsns. according to parent patent have the compsn. 1-40% by wt. optical brightener, 59.5-95% natural starch, 0.2-1.5% of magnesium and/or calcium sopa of 16-20C fatty acid and 0.3-3.0% stripping agent as fine particles, pref. a colloidal silica and pref. contg. 1-25% fibrous microcrystalline cellulose, fibre length 0.001-0.5 mm, in the patent of addn. 1-5% by wt. of a carboxymethyl starch, pref. of 0.15-0.50 carboxymethyl groups per anhydroglucose unit, substitution is also present. The addition of carboxymethyl starch improves keeping qualities of the brightening compsn. compared to those of parent patent.

**• Publication data :**

Patent Family : BE-821550 A 19750428 DW1975-20 \*

DE2354096 A 19750515 DW1975-21

FR2249165 A 19750627 DW1975-33

ZA7406951 A 19741014 DW1976-03

CH-597343 A 19780331 DW1978-15

AT7408636 A 19790715 DW1979-31

IT1046280 B 19800630 DW1980-35

DE2354096 C 19830113 DW1983-03

Priority n° : 1973DE-2354096 19731029

Covered countries : 7

Publications count : 8

**• Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK ) HENKEL & CIE GMBH

**• Accession codes :**

Accession N° : 1975-32434W [20]

**• Derwent codes :**

Manual code : CPI: A08-E03C A10-E08

A10-E16 A11-C05 D11-B01 E24-A F03-B01

Derwent Classes : A97 D25 F06

**• Update codes :**

Basic update code : 1975-20

Equiv. update code : 1975-21; 1975-33;

1976-03; 1978-15; 1979-31; 1980-35; 1983-

03

**Tablets used as detergent additives - contain optical bleaches, starch, magnesium soap, cellulose and silicic acid**

**Patent Number : NL7316457**

*International patents classification : C11D-003/42 D06L-003/12 D06P-000/00*

**• Abstract :**

NL7316457 A Tablets for use with textile washing agents, contg. 1-40% of min. one optical bleach, 59.5-95% natural starch, 0.2-1.5% Mg- and/or Ca-soap of satd. fatty acids (16-20C) and 0.3-3.0% of min. one finely-divided inorganic- or mineral loosening agent. Optical bleaches are used are e.g. commercial (di)aminostilbenesulphonic acids for cottons, diarylpyrazolines, carbostyrls, 1,2-di-(2-benzoxazyl)- or (benzimidazolyl)ethylene, benzoxazylthiophene, cumarines etc. Mixtures can be used pref. loosening agent is "Acrosil" (RTM). Pref. tablets contain an extra content of micro-crystalline or short fibre cellulose. Solubilising agents at pref. 0.1-2% may be included. The tables may be used with normal washing powders contg. no optical bleaches. The same powder may then be used for white- and coloured wash. The tables are stable and packed in foil and may be included in the packets of washing powder.

**• Publication data :**

Patent Family : NL7316457 A 19740702 DW1974-29 \*

BE-808957 A 19740621 DW1974-34

DE2321693 A 19741114 DW1974-47

FR2227321 A 19741227 DW1975-08

AT7310890 A 19770215 DW1977-09

CH-585260 A 19770228 DW1977-16

DE2321693 C 19820701 DW1982-27

Priority n° : 1973DE-2321693 19730428; 1972DE-2263940

19721229; 1973DE-2354096 19731029

Covered countries : 6

Publications count : 7

**• Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK ) HENKEL & CIE GMBH

**• Accession codes :**

Accession N° : 1974-53155V [29]

**• Derwent codes :**

Manual code : CPI: D11-B01 D11-B10  
D11-B11 D11-C E10-C04E E24-A E31-P  
Derwent Classes : D25 E24

**• Update codes :**

Basic update code : 1974-29  
Equiv. update code : 1974-34; 1974-47;  
1975-08; 1977-09; 1977-16; 1982-27

## Water-decomposable optical brightener contg tablets - for use in combination with textile detergents and contg. brightener, potato starch, fatty acid soaps and separating agents

Patent Number : DE2263940

International patents classification : C11D-003/42 C11D-017/00 D06L-003/12

• Abstract :

DE2263940 A Tablet suitable for use with textile detergents contains, by wt., 1-40% of >= one optical brightener, 59.5-95% natural potato starch, 0.2-1.5% Mg- and/or Ca soap of satd. 16-20C fatty acids, esp. Mg stearate, 0.3-3% of >= one finely divided inorg. or mineral sepg. agent and opt. <3 (0.1-2) % of a surface active wetting agent and opt. dyes or pigments and opt. bitter substances to avoid confusion with medicines. Tables are stable yet decompose in cold water in 15-30 secs. Pref. tablets have a dia. of 10-30mm, and are 2-20mm thick, and may be sealed in metal and/or plastic foil. Pref. sepg. agents are oxide of Si, Al or Mg, silicates, aluminosilicates, phosphates and carbonates of Ca and Mg.

• Publication data :

Patent Family : DE2263940 A 19740711 DW1974-29 \*

FR2212426 A 19740830 DW1974-43

ZA7309742 A 19741008 DW1975-02

DE2263940 C 19820408 DW1982-15

Priority n° : 1972DE-2263940 19721229; 1973DE-2321693  
19730428

Covered countries : 3

Publications count : 4

• Patentee & Inventor(s) :

Patent assignee : (HENK ) HENKEL & CIE GMBH

• Accession codes :

Accession N° : 1974-52179V [29]

• Derwent codes :

Manual code : CPI: D11-B01 D11-B10

D11-C F03-B01 F03-J

Derwent Classes : D25 F06

• Update codes :

Basic update code : 1974-29

Equiv. update code : 1974-43; 1975-02;

1982-15

⑩ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



Behörden-eigentum

# Offenlegungsschrift 23 54 096

Aktenzeichen: P 23 54 096.7

Anmeldetag: 29. 10. 73

Offenlegungstag: 15. 5. 75

Unionspriorität:

Bezeichnung: Zur Verwendung mit Textilwaschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette

Zusatz zu: P 23 21 693.5

Anmelder: Henkel &amp; Cie. GmbH, 4000 Düsseldorf

Erfinder: Boeck, Alexander, Dipl.-Chem. Dr., 4000 Düsseldorf;  
Jung, Dieter, Dipl.-Chem. Dr., 4010 Hilden; Wüst, Willi, Dipl.-Chem. Dr.,  
4019 Monheim

## Patentanmeldung

2354096

D 4820

"Zur Verwendung mit Textilwaschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette"

Zusatzanmeldung zur Patentanmeldung P 23 21 693.5

Gegenstand der Hauptanmeldung P 22 63 940.3 ist eine zur Verwendung mit Textilwaschmitteln geeignete Tablette, gekennzeichnet durch einen Gehalt an 1 bis 40 Gew.-% mindestens eines optischen Aufhellers, 59,5 bis 95 Gew.-% native Kartoffelstärke, 0,2 bis 1,5 Gew.-% einer Magnesium- und/oder Calciumseife von gesättigten, 16 bis 20 Kohlenstoffatome aufweisenden Fettsäuren und 0,3 bis 3,0 Gew.-% mindestens eines feinteiligen anorganischen bzw. mineralischen Trennmittels.

Diese Tabletten weisen eine Reihe von vorteilhaften Eigenschaften, insbesondere eine geringe Zerfallszeit in kaltem Wasser auf, was für einen Einsatz der Mittel in Waschautomaten von besonderer Bedeutung ist, da für den Lösevorgang in den Einstöpfvorrichtungen nur begrenzte Wassermengen und Einstöpfzeiten zur Verfügung stehen. Es hat sich jedoch gezeigt, daß die Festigkeitseigenschaften der Tablette bei stärkerer mechanischer Beanspruchung unter Umständen nicht ausreichen, insbesondere wenn die verwendete Kartoffelstärke ein geringes Bindevermögen bzw. einen vergleichsweise niedrigen Wassergehalt, z.B. von 14 % und weniger, aufweist. Es kann dann während des Transportes der frisch verpreßten Tabletten bzw. in den Dosier- und Verpackungsvorrichtungen zu verstärktem Abrieb mit erhöhtem Pulveranfall oder auch zum Bruch der Tabletten kommen. Durch die vorliegende Erfindung wird dieser Nachteil verhindert, ohne daß sich die übrigen Eigenschaften der Tablette ungünstig verändern.

In der deutschen Zusatzpatentanmeldung P 23 21 693.5 (D 4708) wird daher vorgeschlagen, die Festigkeitseigenschaften der Tabletten durch einen zusätzlichen Gehalt von 1 bis 25 Gewichtsprozent an mikrokristalliner bis faserförmiger Cellulose zu verbessern. Diese Cellulose soll eine durchschnittliche Faserlänge von 0,001 bis 0,5 mm aufweisen. Die optimal anzuwendenden Mengen an Cellulose hängen von deren Faserlänge ab und zwar kommt eine solche mit einer Faserlänge von 0,001 bis 0,05 bevorzugt in Anteilen von 5 bis 25 Gewichtsprozent, eine solche mit einer Faserlänge von 0,05 bis 0,15 in Anteilen von 5 bis 15 Gewichtsprozent und eine solche mit einer Faserlänge von 0,15 bis 0,5 in Anteilen von 1 bis 5 Gewichtsprozent zur Anwendung, wobei außerdem die kurzfaserigen Sorten zweckmäßigerweise in granulierter Form vorliegen sollen.

Wie sich gezeigt hat, haben Tabletten der angegebenen Zusammensetzung jedoch den Nachteil, daß sich mit zunehmender Lagerungszeit ihre Lösungseigenschaften verschlechtern und die Zerfallszeiten in kaltem Wasser verlängern. Es bestand daher die Aufgabe, diesem Mangel durch eine geeignete Änderung der Tablettenrezeptur zu begegnen.

Gegenstand der Erfindung ist eine zur Verwendung mit Waschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette nach Patent..... (Patentanmeldung P 23 21 693.5), dadurch gekennzeichnet, daß die darin enthaltende Kartoffelstärke teilweise durch Maisstärke ersetzt ist und das Gewichtsverhältnis von Kartoffelstärke zu Maisstärke 5 : 1 bis 1 : 3 beträgt.

Vorzugsweise soll das Verhältnis von Kartoffelstärke zu Maisstärke 3 : 1 bis 1 : 2 betragen. Sofern besonders ungünstige Lagerbedingungen, z.B. hohe Lagertemperaturen zu befürchten sind, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, bis zu 6, insbesondere 1 bis 5 Gewichtsprozent einer Carboxymethylstärke hinzuzusetzen. Geeignet sind z.B. Carboxymethylstärken, die einen Substitutionsgrad von 0,15 bis 0,5 Carboxymethylgruppen pro Anhydroglukose-Einheit aufweisen.

3

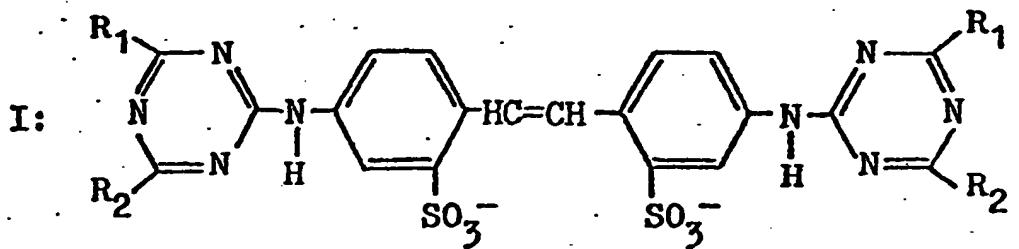
2354096

Als weitere Mischungsbestandteile enthalten die Tabletten die in der Patentanmeldung P 23 21 693.5 beschriebenen faserförmigen Cellulosearten, wobei deren Anteil in Abhängigkeit von der Faserlänge zwischen 1 und 25 % schwanken kann. Aus der Reihe der in der Patentanmeldung P 23 21 693.5 beschriebenen Cellulosearten werden solche mit einer durchschnittlichen Faserlänge von 0,1 bis 0,5 mm bevorzugt verwendet, wobei die anzuwendenden Mengen 1 bis 5 % bezogen auf die Gesamtmenge der Inhaltsstoffe betragen.

Die Tabletten enthalten außerdem die in der Hauptanmeldung P 22 63 940.3 genannten Inhaltsstoffe, nämlich optische Aufheller, Kartoffelstärke, Magnesium- oder Calciumseifen von höhermolekularen, gesättigter Fettsäuren und mineralische, feinpulvige Trennmittel sowie gegebenenfalls oberflächenaktive Netzmittel. Die Abmessungen der Tabletten sind die gleichen wie die gemäß Hauptanmeldung, d.h. der Durchmesser beträgt 10 bis 30 mm und die Dicke 2 bis 20 mm, wobei Tabletten mit einem größeren Durchmesser aus Festigkeitsgründen auch eine ausreichend große Dicke aufweisen sollen.

Die in den Tabletten enthaltenen optischen Aufheller können aus Derivaten der Aminostilbensulfonsäure bzw. der Diamino-stilbensulfonsäure, der Diarylpyrazoline, des Carbostyrils, des 1,2-Di-(2-benzoxazolyl)- oder 1,2-Di-(benzimidazolyl)-äthylens, des Benzoxazolyl-thiophens und des Cumarins bestehen. Auch Gemische von optischen Aufhellern sind geeignet, insbesondere wenn unterschiedliche Textilien in einem Waschbad bzw. Textilien aus Mischgeweben gewaschen werden sollen. Derartige Gemische können beispielsweise aus Kombinationen von Baumwollaufhellern des Aminostilbendisulfonsäure-Typs mit Polyamidaufhellern vom Diarylpyrazolin-Typ oder Carbostyrl-Typs und/oder Polyester-Aufhellern bestehen.

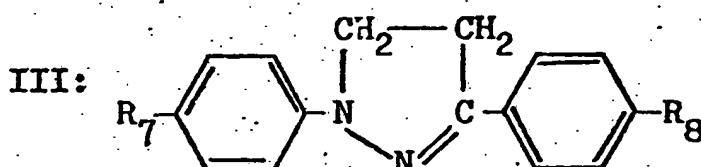
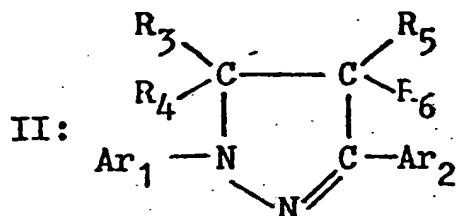
Beispiele für Aufheller aus der Klasse der Diaminostilbendi-sulfonsäurederivate sind Verbindungen gemäß Formel I:



In der Formel können  $\text{R}_1$  und  $\text{R}_2$  Alkoxygruppen, die Aminogruppe oder Reste aliphatischer, aromatischer oder heterocyclischer, primärer oder sekundärer Amine sowie Reste von Aminosulfonsäuren bedeuten, wobei in den obigen Gruppen vorhandene aliphatische Reste bevorzugt 1 - 4 und insbesondere 2 - 4 C-Atome enthalten, während es sich bei den heterocyclischen Ringsystemen meist um 5- oder 6-gliedrige Ringe handelt. Als aromatische Amine kommen bevorzugt die Reste des Anilins, der Anthranilsäure oder der Anilinsulfonsäure in Frage. Von der Diamino-stilbendisulfonsäure abgeleitete Aufheller werden meist als Baumwollaufheller eingesetzt. Es sind die folgenden, von der Formel I abgeleiteten Produkte im Handel, wobei  $\text{R}_1$  den Rest  $-\text{NHCO}_6\text{H}_5$  darstellt und  $\text{R}_2$  folgende Reste bedeuten kann:  
 $-\text{NH}_2$ ,  $-\text{NHCH}_3$ ,  $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ,  $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$ ,  $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$ ,  
 $-\text{N}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ,  $-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$ , Morpholino-,  $-\text{NHCO}_6\text{H}_5$ ,  
 $-\text{NHCO}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ ,  $-\text{OCH}_3$ . Einige dieser Aufheller sind hinsichtlich der Faseraffinität als Übergangstypen zu den Polyamidaufhellern anzusehen, z.B. der Aufheller mit  $\text{R}_2 = -\text{NHCO}_6\text{H}_5$ . Zu den Baumwollaufhellern vom Diaminostilbendisulfonsäuretyp gehört weiterhin die Verbindung 4,4'-Bis-(4-phenyl-1,2,3-triazol-2-yl)-2,2'-stilbendisulfonsäure.

5 2354096

Zu den Polyamidaufhellern gehören Diarylpyrazoline der Formeln II und III:



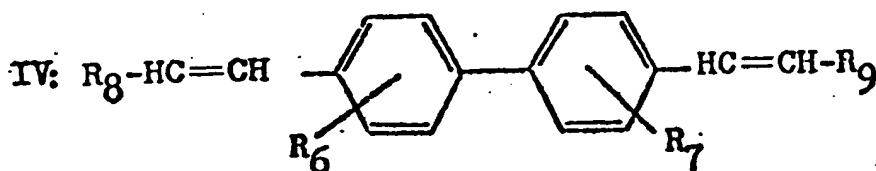
In der Formel II bedeuten  $\text{R}_3$  und  $\text{R}_5$  Wasserstoffatome, ggf. durch Carboxyl-, Carbonamid- oder Estergruppen substituierte Alkyl- oder Arylreste,  $\text{R}_4$  und  $\text{R}_6$  Wasserstoff oder kurzkettige Alkylreste,  $\text{Ar}_1$  sowie  $\text{Ar}_2$  Arylreste, wie Phenyl, Diphenyl oder Naphthyl, die weitere Substituenten tragen können, wie Hydroxy-, Alkoxy-, Hydroxyalkyl-, Amino-, Alkylamino-, Acylamino-, Carbonyl-, Carbonsäureester-, Sulfonsäure-, Sulfonamid- und Sulfogruppen oder Halogenatome. Im Handel befindliche Aufheller dieses Typs leiten sich von der Formel III ab, wobei der Rest  $\text{R}_7$  die Gruppen  $\text{Cl}$ ,  $-\text{SO}_2\text{NH}_2$ ,  $-\text{SO}_2\text{CH}=\text{CH}_2$  und  $-\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$  darstellen kann, während der Rest  $\text{R}_8$  meist ein Chloratom bedeutet. Auch das 9-Cyanoanthracen ist zu den Polyamidaufhellern zu zählen.

Zu den Polyamidaufhellern gehören weiterhin aliphatische oder aromatische substituierte Aminocumarine, z.B. das 4-Methyl-7-dimethylamino- oder das 4-Methyl-7-diäthylaminocumarin. Weiterhin sind als Polyamidaufheller die Verbindungen 1-(2-Benzimidazolyl)-2-(1-hydroxyäthyl-2-benzimidazolyl)-äthylen und 1-Äthyl-3-phenyl-7-diäthylamino-carostyril brauchbar. Als Aufheller für Polyester- und Polyamidfasern sind die Verbindungen 2,5-Di-(2-benzoxazolyl)-thiophen, 2-(2-Benzoxazolyl)-naphtho[2,3-b]-thiophen und 1,2-Di-(5-methyl-2-benzoxazolyl)-äthylen geeignet.

6

2354096

Weiterhin können Aufheller vom Typ der Diphenyl-distyryle der Formel IV anwesend sein.



wobei jeder der Reste  $R_6$  und  $R_7$  ein Wasserstoffatom oder einen Sulfonsäurerest darstellen kann. Wie die Reste  $R_6$  und  $R_7$ , so können auch die Reste  $R_8$  und  $R_9$  gleichartig oder voneinander verschieden sein.  $R_8$  und  $R_9$  sind Phenylreste oder substituierte Phenylreste, wobei als Substituenten die folgenden Atome oder Atomgruppen in Frage kommen: Alkyl-, Hydroxyalkyl- oder Alkoxyreste mit 1 - 5 C-Atomen, weiterhin Chlor, Nitril-, Carboxyl-, Sulfonsäure-, Chlorsulfonyl-, oder Sulfonamid-reste, wobei einer der Amidwasserstoffatome oder beide durch Alkylreste mit 1 - 5 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 2 - 4 C-Atomen ersetzt sein können bzw. wobei der Amidstickstoff Teil eines heterocyclischen Ringes sein kann. Bevorzugt kommen als Reste  $R_8$  und  $R_9$  die Reste Chlorphenyl-, Nitrilophenyl-, Alkylphenyl-, Hydroxyalkylphenyl-, Alkoxyphenyl-, Carboxyphenyl-, und Sulfophenyl- in Frage, wobei alle diese Phenylreste als zweiten Substituenten noch eine Sulfonsäuregruppe enthalten können. Wie die Sulfonsäuregruppe, so können auch die Substituenten -Cl, -CN, und -COOH zweimal an einem Phenylrest vorhanden sein. Weiter gehören zu den bevorzugt in Frage kommenden Substituenten  $R_8$  und  $R_9$  die Reste Sulfamidophenyl-(- $C_6\text{H}_4\text{-SO}_2\text{-NH}_2$ ) und Morpholinosulfophenyl-(- $C_6\text{H}_4\text{-SO-NC}_4\text{H}_4\text{O}$ ).

Soweit die erfindungsgemäß einzusetzenden Aufheller Sulfonsäuren oder Carbonsäuren darstellen, werden sie bevorzugt in Form ihrer wasserlöslichen Salze der Alkalien, des Ammoniums oder der Amine bzw. Alkylolamine mit 1 - 6 C-Atomen im Molekül eingesetzt.

Zwecks Verbesserung der Plastifizierbarkeit enthalten die Tabletten Magnesium- oder Calciumseifen von Palmitin-, Stearin- oder Arachinsäure bzw. deren Gemische. Bevorzugt wird Magnesiumstearat in Mengen von 0,2 bis 1,0 Gew.-% verwendet. Weiterhin sind sogenannte Trennmittel anwesend, die das Ablösen der Tabletten von den Preßwerkzeugen fördern. Geeignet sind z.B. feinteilige bzw. kolloidale Kieselsäure, insbesondere das unter dem Handelsnamen "Aerosil" bekannte Präparat, ferner Aluminium- und Magnesiumoxid, Phosphate, Carbonate und Silikate des Calciums und Magnesiums sowie Alumosilikate bzw. diese enthaltende Mineralien, z.B. Bentonit, sowie deren Gemische. Vorzugsweise wird feinteiliges Siliciumdioxid (Aerosil) in Mengen von 0,2 bis 2 Gew.-% verwendet.

Zur Verbesserung des Lösungsvermögens können die Tabletten bis 4 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-% eines Netzmittels enthalten, beispielsweise Natriumlaurylsulfat, Natriumdioctylsulfosuccinat, Natriumalkylsulfonat mit 10 bis 15 C-Atomen, Natriumalkylarylsulfonate bzw. andere oberflächenaktive Stoffe. Weiterhin können Farbstoffe bzw. Pigmente anwesend sein, um den Tabletten eine auffällige Färbung oder Sprenkelung zu verleihen bzw. intensiv schmeckende, physiologisch unbedenkliche Bitterstoffe, um einer Verwechslung mit medikamentösen Tabletten vorzubeugen.

Die erfindungsgemäßen Tabletten können demnach die folgende Zusammensetzung aufweisen (in Gewichtsprozent):

- 1 - 38,5 %, vorzugsweise 5 bis 25 % mindestens eines optischen Aufhellers,
- 59,5 - 95 %, vorzugsweise 70 - 85 % an nativer Stärke, wobei 30 - 60 % auf Kartoffelstärke und 20 - 50 % auf Maisstärke entfallen,
- 1 - 10 %, vorzugsweise 2 - 5 % an faserförmiger Cellulose,

8

2354096

0 - 6 %, vorzugsweise 1 - 5 % an Carboxymethylstärke,  
0,2 - 1,5 %, vorzugsweise 0,3 - 1 % an Calcium- oder Magnesium-  
seifen, insbesondere Magnesiumstearat,  
0,3 - 3 %, vorzugsweise 0,4 - 1 % an feinteiligen anorgani-  
schen Trennmitteln, insbesondere kolloidales  
 $\text{SiO}_2$  (Aerosil®),  
bis 4 %, vorzugsweise 0,1 - 2 % eines grenzflächenaktiven  
Netzmittels,  
bis 1 % an Farbstoffen, Pigmenten, Bitterstoffen.

Das Mischen der vorgenannten Bestandteile und Verpressen er-  
folgt in üblicher Weise, ohne daß ein vorheriges Granulieren  
erforderlich ist. Der Preßdruck kann 100 bis 1000 kg/cm<sup>2</sup> be-  
tragen. Ein Durchmesser der Tabletten von 10 - 30 mm und  
eine Dicke von 2 bis 20 mm hat sich als zweckmäßig erwiesen,  
da Tabletten dieser Größe gut zu handhaben sind, mit genü-  
gender Geschwindigkeit in kaltem Wasser zerfallen und aus-  
reichend groß sind, um die für das Waschen einer Wäschemenge  
von 2 - 6 kg (übliche Füllung einer Haushaltswaschmaschine)  
notwendige Aufhellermenge aufzunehmen. Diese Menge ist so  
bemessen, daß auf 100 g Waschmittel 0,01 bis 1, vorzugsweise  
0,05 bis 0,5 g an optischen Aufhellern zur Anwendung kommen,  
wofür im allgemeinen 1 bis 3 Tabletten erforderlich sind.

Die Konfektionierung der Tabletten kann in der Weise erfolgen,  
daß sie in eine Metall- oder Kunststofffolie eingesiegelt und  
in die mit Waschmittel gefüllte Packung eingelegt oder an  
der Außenseite der Packung angebracht werden. Im letzteren  
Falle weist die Packung vorzugsweise entsprechend eingeprägte  
Vertiefungen zur Aufnahme der Tabletten auf.

Die in der erfindungsgemäßen Weise zusammengesetzten Tabletten  
weisen eine Reihe von fertigungstechnischen Vorteilen auf;  
insbesondere werden Schwierigkeiten, die sich aus Qualitäts-  
schwankungen der verwendeten nativen Kartoffelstärke ergeben

9

2354096

können, weitgehend vermieden. Sie neigen nicht zum Kleben an den Preßwerkzeugen und zeichnen sich durch eine gute Abrieb- und Bruchfestigkeit aus, was sie zur Weiterverarbeitung auf automatischen Dosierungs- und Verpackungsvorrichtungen besonders geeignet macht. Trotz dieser verbesserten Festigkeitseigenschaften sind die Zerfallszeiten in kaltem Wasser nur sehr kurz und nehmen auch bei längerer Lagerung nicht zu.

10 2354096

B e i s p i e l

Zur Herstellung der Tabletten wurden folgende Bestandteile 5 Minuten in einer Mischtrömmel trocken gemischt:

11,6 Gew.-% Natriumsalze der 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazinyl-6-ylamino)-stilben-2,2'-disulfonsäure als optische Aufheller

47,8 Gew.-% native Kartoffelstärke (Wassergehalt 18 %)

30,0 Gew.-% Maisstärke (Wassergehalt 12 %)

5,0 Gew.-% Cellulose (mittlere Faserlänge 0,4 mm)

3,0 Gew.-% Carboxymethylstärke (aus Kartoffelstärke,  
0,25 Carboxymethylgruppen pro Anhydroglucose)

0,5 Gew.-% Magnesiumstearat

0,6 Gew.-% kolloidale Kieselsäure (Aerosil)

1,5 Gew.-% Na-Laurylsulfat

Das Gemisch wurde mittels einer kontinuierlich arbeitenden Tablettierungsmaschine zu kreisrunden Tabletten mit einem Durchmesser von 20 mm, einer Dicke von 4,3 mm und einem Gewicht von 1,55 g verpreßt.

Die Bruchfestigkeit der Tabletten wurde an 5 Proben mit dem "Hardness-Tester" der Fa. Pfizer bestimmt. Zur Bestimmung des Abriebes wurden 45 Tabletten in 100 ml fassenden Kunststoffflaschen unter Verwendung eines "Turbulamischers Typ T2A" der Fa. Schatz (Schweiz) während 60 Minuten aneinander gerieben, wobei der Mischer 40 Bewegungen pro Minute ausführte. Die Zähigkeit wurde getestet, indem man die Tablette einer Fallbelastung unterwirft, und zwar läßt man sie aus 4 m Höhe auf eine harte Fläche (Steinplatte) auftreffen. Entsprechend der Anzahl der Teile, in die die Tablette zerspringt, wird die Zähigkeit wie folgt bewertet:

*M*

- 1 = Tablette zerbricht nicht
- 2 = Tablette zerbricht in 2 Teile
- 3 = Tablette zerbricht in 3 Teile
- 4 = Tablette zerbricht in 6 Teile
- 5 = Tablette zerbricht in mehr als 6 Teile

Die Ergebnisse aus 5 Bestimmungen werden gemittelt.

Zur Prüfung der Zerfallgeschwindigkeit wurden eine Tablette in 200 ml Wasser von 18°C und 16° dH, abgefüllt in einem 400 ml fassenden Becherglas, eingeworfen. Nach einer Ruhezeit von 10 Sekunden wurde mittels eines Magnetrührers die Lösung durchmischt. Die Länge des mit Teflon umhüllten Rührstabs betrug 30 mm, die Dicke 7 mm und die Umdrehungszahl 500 pro Minute. Gemessen wurde in 5 Versuchen die Zeit in Sekunden, nach der die Tabletten so weit zerfallen waren, daß sie rückstandsfrei ein Sieb mit 1,6 mm Maschenweite passierten. Weiterhin wurde das Einspülverhalten der Tabletten unter praxisnahen Bedingungen untersucht, indem 2 Tabletten in den Einspülkasten einer vollautomatischen Haushaltswaschmaschine (AEG-Lavamat Regina) eingelegt und die Zeit bis zur vollständigen Einspülung gemessen wurden. Die eingespeiste Wassermenge betrug 10 l/min. Aus 6 Bestimmungen wurde der Mittelwert gebildet.

Die Bestimmungen wurden 1 Tag nach Herstellung sowie nach vierwöchiger Lagerung bei Raumtemperatur (22°C, 75 % Luftfeuchtigkeit) sowie bei 50°C im Trockenschrank im unverpackten und im eingesiegelten Zustand (PVC-Folie) durchgeführt. Zum Vergleich wurde in gleicher Weise hergestellte Tabletten herangezogen, bei denen die Maisstärke und die Carboxymethylstärke durch native Kartoffelstärke ersetzt war, so daß deren Gesamtanteil 80,8 Gew.-% betrug.

12

Auf die Bestimmung des Abriebs und der Zähigkeit nach 4 Wochen wurde verzichtet, da diese Eigenschaften nur für die Herstellung und das Verpacken eine Rolle spielen.

Die Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäßen und die zum Vergleich herangezogenen Tabletten zu Beginn des Versuches etwa die gleichen mechanischen Eigenschaften aufweisen, wobei die Bruchfestigkeit der ersten sogar noch etwas größer ist. Die Bruchfestigkeit bleibt im Falle der erfindungsgemäßen Tabletten während der Lagerung erhalten, während sie im Vergleichsversuch abnimmt. Wesentlicher sind jedoch die Unterschiede im Lösungsverhalten. Während Zerfalls- und Einspülzeiten der erfindungsgemäßen Tabletten bereits nach der Herstellung sehr günstig liegen und sich bei der Lagerung eher noch verbessern, sind diese bei den Vergleichsproben nicht nur länger sondern nehmen bei der Lagerung noch erheblich zu.

13

	nach Herstellung	B E I S P I E L				V E R G L E I C H			
		nach 4 Wochen		eingestellt		nach 4 Wochen		eingestellt	
	nach Herstellung	eingestellt 22 °C	eingestellt 50 °C	offen 22 °C	offen 50 °C	nach Herstellung	eingestellt 22 °C	eingestellt 50 °C	nach 4 Wochen
Bruchfestigkeit (kp)	4,9	5,3	4,9	4,9	4,2	4,0	3,9	3,3	4,1
Abrieb (%)	2,8	-	-	-	-	3,1	-	-	-
Zähigkeit	1 - 2	-	-	-	-	1 - 2	-	-	-
Zerfallzeit (sec)	18	13	16	13	15	33	180	60	180
Einspülzeit (sec)	6	6	6	6	6	10	160	13	38

4

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Zur Anwendung mit Textilwaschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette nach Patent .....  
(Patentanmeldung P 23 21 693.5) dadurch gekennzeichnet,  
daß die darin enthaltende Kartoffelstärke teilweise durch  
Maisstärke ersetzt ist und das Gewichtsverhältnis von Kar-  
toffelstärke zu Maisstärke 5 : 1 bis 1 : 3 beträgt.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das  
Gewichtsverhältnis von Kartoffelstärke zu Maisstärke 3 : 1  
bis 1 : 2 beträgt.
3. Mittel nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß  
es 1 bis 5 Gewichtsprozent einer Carboxymethylstärke ent-  
hält.
4. Mittel nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß  
die Carboxymethylstärke einen Substitutionsgrad von 0,15  
bis 0,5 Carboxymethylgruppen Anhydroglucose-Einheit auf-  
weist.

/

509820 / 0886